



Mit Einverständnis des Anmelders offengelegte Anmeldung gemäß § 31 Abs. 2 Ziffer 1 PatG

71 Anmelder:
Ehrhardt, Manfred, Dr., 2420 Eutin, DE

72 Erfinder:
gleich Anmelder

54 Gerät zur Extraktion löslicher Bestandteile aus Festkörpern mit Hilfe von flüssigen Lösungsmitteln

Die Erfindung betrifft eine Glasapparatur zur Extraktion löslicher Bestandteile aus Festkörpern mit Hilfe von flüssigen Lösungsmitteln dadurch gekennzeichnet, daß der die zu extrahierenden Festkörper enthaltende Behälter (in der beiliegenden Zeichnung als »Extraktionshülse« und »Sorptionssäule« bezeichnet) durch Glasschliffverbindungen von dem der Destillation des Lösungsmittels dienenden Teil der Apparatur getrennt werden kann und dadurch, daß das durch Destillation innerhalb der Apparatur aus dem Extrakt zurückgewonnene Lösungsmittel das Extraktionsgut kontinuierlich von unten nach oben durchströmt.

Nach Beendigung der Extraktion wird das Lösungsmittel, welches sich in dem das Extraktionsgut enthaltenden Behälter befindet, durch Öffnen des Flachhahnes entweder mit dem Extrakt vereinigt oder zur Prüfung der Vollständigkeit der Extraktion gesondert aufgefangen. Ein Flachhahn ist erforderlich, um ein Verkleben des zur Vermeidung von Verunreinigungen des Extraktes durch Hahnfett nicht gefetteten Hahnes zu vermeiden.

05.04.85

3512593

Patentanspruch

Zum Patent und als Gebrauchsmuster angemeldet werden soll eine Glasapparatur zur Extraktion löslicher Bestandteile aus Festkörpern mit Hilfe von flüssigen Lösungsmitteln, dadurch gekennzeichnet, daß der die zu extrahierenden Festkörper enthaltende Behälter von dem der Destillation des Lösungsmittels dienenden Teil der Apparatur getrennt werden kann und dadurch, daß das durch Destillation innerhalb der Apparatur zurückgewonnene Lösungsmittel das Extraktionsgut kontinuierlich von unten nach oben durchströmt



(Dr. M. Ehrhardt)

Blatt 2 der Anmeldung zum Patent- und Gebrauchsmusterschutz

Beschreibung der Erfindung

Bei chemischen Untersuchungen natürlicher Gewässer (Meerwasser und Frischwasser) hinsichtlich ihres Gehaltes an organischen Schmutzstoffen (aus Erdöl stammende Kohlenwasserstoffe und andere Verbindungen, chlorierte Kohlenwasserstoffe, Rückstände von Pflanzenschutzmitteln, etc) ist es häufig erforderlich, diese Stoffe wegen ihrer geringen Konzentrationen aus großen Wasservolumen anzureichern. Für diesen Zweck hat sich die Sorption an makroretikuläre Harze bewährt. Voraussetzung ist allerdings, daß das Sorptionsharz zunächst von allen die Analyse störenden Verunreinigungen befreit wird, und daß die aus natürlichen Gewässern angereicherten Schmutzstoffe quantitativ und ohne Veränderung aus dem Sorptionsharz wieder extrahiert werden können. Dies ist prinzipiell auch mit bereits gebräuchlichen Extraktionsapparaturen (z.B. Soxhlet Extraktoren) möglich.

Die Glasapparatur, auf welche sich die Erfindung bezieht, bietet jedoch gegenüber allen anderen Extraktoren den Vorteil, daß das Sorptionsharz in der gleichen Glaskolonne gereinigt und extrahiert werden kann, in welcher es sich während des Anreicherungs Vorganges befindet. Hierdurch werden Verunreinigungen bei der Handhabung, welche den analytischen Blindwert bedingen bzw. erhöhen, auf ein Minimum reduziert. Ebenso ist eine gesonderte Extraktionshülse aus Zellulose- oder Glasfasern, wie sie bei Soxhlet-Extraktoren verwendet werden und welche vor Benutzung in der Spurenanalytik getrennt gereinigt werden müssen, nicht erforderlich.

Da bei der Anreicherung von Spurenverunreinigungen das zu untersuchende Wasser die Sorptionssäule von (in der Zeichnung) oben nach unten durchströmt, das Lösungsmittel jedoch bei der Extraktion das Sorptionsharz in entgegengesetzter Richtung durchströmt, ist eine besonders wirksame Gegenstromextraktion gewährleistet. Empfindliche Extrakte, welche während der Extraktion nicht im Lösungsmittel am Rückfluß gekocht werden dürfen, können getrennt aufgefangen werden. Zu diesem Zweck wird das Überlaufrohr aus der

Schraubkappe mit Teflon-überzogener Dichtung herausgezogen, die
35 zur Aufnahme des Überlaufrohres durchbohrte Schraubkappe durch
eine geschlossene ersetzt, das Überlaufrohr mit dem oberen Ende
der Sorptionssäule über einen Kugelschliff verbunden und der Ex-
trakt in einem getrennten Gefäß aufgefangen.

Die Prüfung der Vollständigkeit der Extraktion bzw. der Reinheit
40 des Sorptionsharzes geschieht in einfacher Weise, indem nach Be-
enden der Extraktion bei geschlossenem Flachhahn das Lösungsmit-
tel für einige Zeit in der Sorptionssäule verbleibt. Durch Öffnen
des Flachhahnes wird das in der Sorptionssäule stehende Lösungs-
mittel in einen geeigneten Kolben abgelassen und kann dann unter-
45 sucht werden.

An Stelle der Sorptionssäule könne auch beliebige andere, mit Ku-
gelschliffverbindungen versehene Glasgeräte mit der Extraktions-
apparatur versehen werden. Als Beispiel dient die in in der
Zeichnung abgebildete Extraktionshülse. Sie kann über einen Ke-
50 gelschliff NS 29/32 geöffnet und mit beliebigem Extraktionsgut,
z.B. tierischem oder pflanzlichem Gewebe, mit Partikeln belegten
Filtern, Kieselgel für die Säulenchromatographie, etc. beschickt
werden. Besonders bei der Reinigung von anorganischen Festphasen
für die Säulenchromatographie wie Kieselgel oder Aluminiumoxid
55 bietet die Benutzung der beschriebenen Apparatur gegenüber allen
anderen Extraktoren den Vorteil, daß nach der Extraktion mit Lö-
sungsmitteln die Festphase im durch äußere Beheizung gleichen Be-
hälter und, wenn erforderlich, im Inertgasstrom aktiviert werden
kann.

60 Die durch die beschriebene Glasapparatur erzielbaren Vorteile ge-
genüber herkömmlichen Extraktoren bestehen darin, daß bei der Be-
nutzung keine zusätzliche, das Extraktionsgut aufnehmende Hülse
aus Zellulose- oder Glasfasern erforderlich ist, und daß der das
zu extrahierende Gut enthaltende Teil der Apparatur getrennt für
65 andere Zwecke benutzt werden kann, so daß die Handhabung z.B.
empfindlicher Sorptionsharze auf ein Minimum reduziert werden
kann.

- 4 -
- Leerseite -

35 12 593

- 5 -

Nummer:

Int. Cl.³:

Anmeldetag:

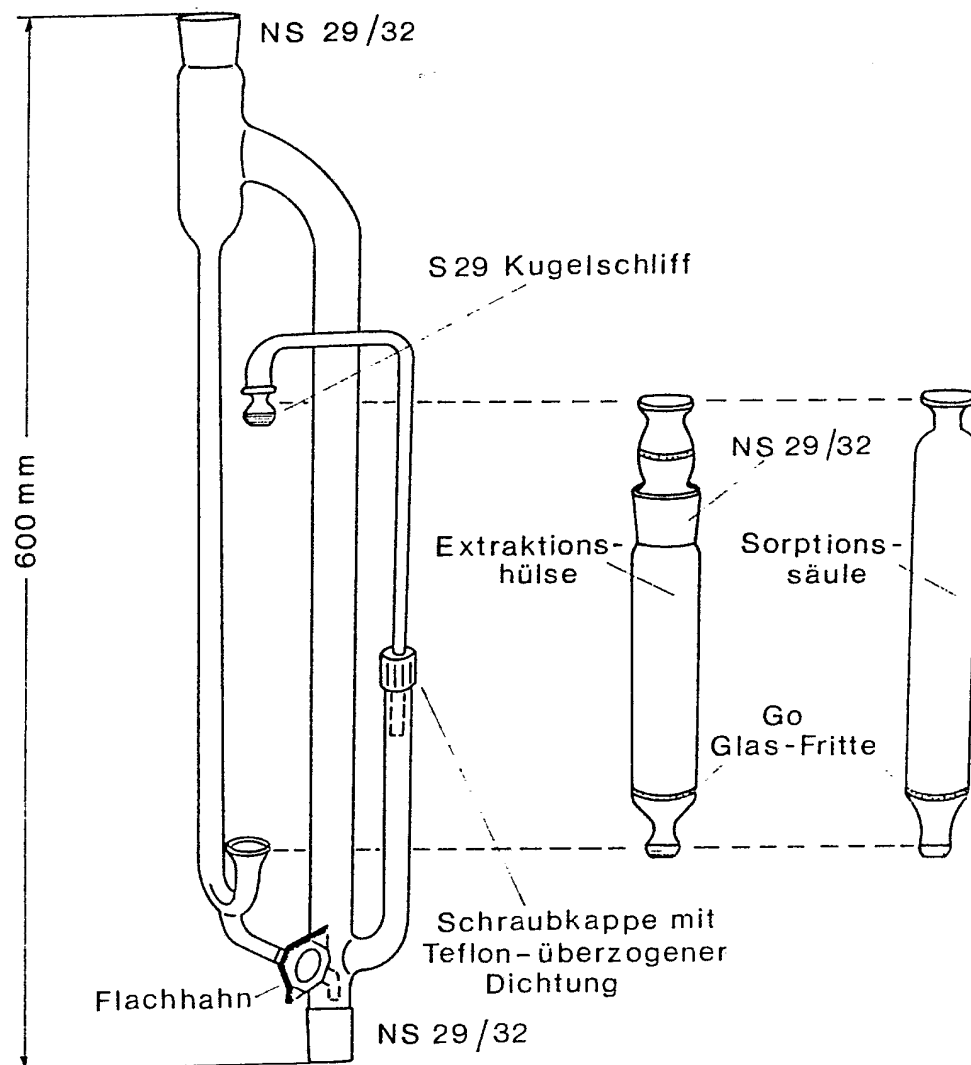
Offenlegungstag:

35 12 593

B 01 D 11/02

6. April 1985

19. September 1985



PUB-NO: DE003512593A1
DOCUMENT-IDENTIFIER: DE 3512593 A1
TITLE: Apparatus for the extraction
of soluble constituents from
solids with the aid of
liquid solvents
PUBN-DATE: September 19, 1985

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
EHRHARDT, MANFRED DR	DE

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
EHRHARDT MANFRED DR	N/A

APPL-NO: DE03512593
APPL-DATE: April 6, 1985

PRIORITY-DATA: DE03512593A (April 6, 1985)

INT-CL (IPC): B01D011/02 , B01D005/00

EUR-CL (EPC): B01D011/02

US-CL-CURRENT: 203/47

ABSTRACT:

CHG DATE=19990617 STATUS=O> The invention relates to glass equipment for the extraction of soluble constituents from solids with the aid of liquid solvents characterised in that the vessel (described in the accompanying drawing as "extraction casing" and "sorption column") containing the solids to be extracted can be separated by means of ground glass joints from the part of the equipment serving for the distillation of the solvent and in that the solvent recovered from the extract by distillation within the equipment continuously flows through the material to be extracted from bottom to top. After the extraction is completed, the solvent which is situated in the vessel containing the material to be extracted, by opening the flat tap, is either combined with the extract or collected separately for testing the completeness of the extraction. A flat tap is necessary in order to avoid sticking of the tap which is ungreased to avoid contamination of the extract by tap grease.